

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-045114

(43)Date of publication of application : 26.02.1988

---

(51)Int.Cl.

C01B 33/143

---

(21)Application number : 61-190075

(71)Applicant : CATALYSTS & CHEM IND CO LTD

(22)Date of filing : 13.08.1986

(72)Inventor : SATO GORO  
ARIMA YUSAKU  
NISHIDA HIROYASU

---

## (54) PRODUCTION OF SILICA SOL

### (57)Abstract:

PURPOSE: To produce a silica sol having excellent transparency and low viscosity without restrictions in production time, by preparing a seed liquid from a liquid mixture of an aqueous solution of alkali (silicate) and acidic silicic acid and adding an acidic silicic acid to the seed liquid at a specific rate of addition.

CONSTITUTION: The objective silica sol is produced by the following process. (A) An acidic silicic acid solution is added to an aqueous solution of alkali silicate and/or an alkaline aqueous solution. (B) The molar ratio of  $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$  (M is alkali metal) of the obtained liquid mixture is adjusted to  $2.8W10$  and the mixture is aged at  $\geq 60^\circ \text{C}$  to obtain a seed liquid. (C) Finally, an acidic silicic acid solution is added to the seed liquid at a rate slower than the rate defined by the formula III while keeping the seed liquid at  $\geq 60^\circ \text{C}$ . In the formula, y is rate of addition [(g-number of  $\text{SiO}_2$  in added acidic silicic acid solution per minute)/(g-number of  $\text{SiO}_2$  of acidic silicic acid solution in the seed liquid)] and x is molar ratio of total  $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$  in the seed liquid. The silica sol produced by the above process contains dispersed uniform silica particles having an average particle diameter of about  $3W30i$ .

$\log y \leq 2.3 - 3.6 \log x \quad \text{III}$

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭63-45114

⑤ Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 01 B 33/143

識別記号

庁内整理番号  
7918-4G

④ 公開 昭和63年(1988)2月26日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁)+2

⑬ 発明の名称 シリカゾルの製造方法

⑭ 特 願 昭61-190075

⑮ 出 願 昭61(1986)8月13日

⑯ 発 明 者 佐 藤 護 郎 福岡県北九州市若松区大字頓田2530  
 ⑯ 発 明 者 有 馬 悠 策 福岡県遠賀郡遠賀町広渡1560  
 ⑯ 発 明 者 西 田 広 泰 福岡県北九州市若松区大字蜷住987-27  
 ⑰ 出 願 人 触媒化成工業株式会社 東京都千代田区大手町2丁目6番2号  
 ⑱ 代 理 人 弁理士 鈴木 俊一郎

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

シリカゾルの製造方法

## 2. 特許請求の範囲

(1) 下記 (a)工程および (b)工程からなることを特徴とするシリカゾルの製造方法:

(a) ケイ酸アルカリ水溶液および/またはアルカリ水溶液と、酸性ケイ酸液とを混合し、混合液の  $SiO_2 / M_2O$  (Mはアルカリ金属) のモル比を 2.8 ~ 10 に調整したのち、60℃以上の温度で熟成して、シード液を調製する工程、

(b) 上記のようにして得られたシード液を 60℃以上に保持しながら、酸性ケイ酸液を下記の数式以下の速度で添加する工程、

$$\log y \leq 2.3 - 3.6 \log x$$

y: 添加速度 [ 添加酸性ケイ酸液  $SiO_2$  g 数 / 分・シード液中の酸性ケイ酸液  $SiO_2$  g 数 ]

x: シード液の全  $SiO_2 / M_2O$  モル比。

## 3. 発明の詳細な説明

## 発明の技術分野

本発明は、シリカゾルの製造方法に関し、さらに詳しくは、透明性に優れるとともに低粘度であるシリカゾルの製造法に関する。

## 発明の技術的背景ならびにその問題点

透明性に優れるとともに低粘度であるシリカゾルは、各種バインダーとして、さらにはプラスチックなどの透明基材へのコート剤あるいは研磨剤などとしての用途が期待されている。

ところで、アルカリ性の低分子量シリカゾルをシード(核)とし、これに酸性ケイ酸液を添加して、シリカ粒子を成長させて所定粒径のシリカ粒子を含むシリカゾルを得る、いわゆるビルドアップ法によるシリカゾルの製造法はよく知られており、既に各種の方法が提案されている。

たとえば、米国特許第2574902号明細書には、ケイ酸アルカリ水溶液をイオン交換樹脂等で処理して得たシリカゾルにアルカリを加えて、所定の  $SiO_2 / M_2O$  (Mはアルカリ金属) の

モル比をもつシード液（ヒールソル）を調製し、このヒールソルに、シード液と同一組成および同一モル比のシリカゾルを加熱下で添加することによってシリカゾルを製造する方法が開示されている。

また、同様に米国特許第2577484号明細書には、前記と同様のヒールソルにシリカゾルとアルカリ水溶液を同時に添加するか、あるいはあらかじめヒールソル中に過剰のアルカリを加えた後、シリカゾルを添加することによってシリカゾルを製造する方法が開示されている。

しかしながら、上記明細書に開示された方法では、 $\text{SiO}_2/\text{NaO}_2$  のモル比を当初から60～130あるいは130～500と高く維持しながら粒子成長を行わせるため、特に粒子が未成長の初期に反応系のpH変動が起きやすく、添加するシリカゾルが確実にヒールソル中の核であるシリカ上に沈着するとは限らず、新たな核が発生したり、あるいは極端な場合は、一部がゲル化してしまうなどするため、粒度の揃ったシリカゾルを

60℃以上の温度に加熱して熟成を行い、シード液を調製し、次いで得られたシード液に、酸性ケイ酸液を加熱下で下記に示す条件で添加して、シード液中のシリカ粒子を成長させることによって所定の粒径をもったシリカ粒子が分散されてなるシリカゾルを得ることを特徴としている。

酸性ケイ酸液の添加速度を $y$ 〔酸性ケイ酸液の $\text{SiO}_2$  g数/分・シード液中の酸性ケイ酸液 $\text{SiO}_2$  g数〕とし、シード液の全 $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ モル比を $x$ としたとき、

$$\log y \leq 2.3 - 3.6 \log x$$

を満足する速度で酸性ケイ酸液をシード液に添加する。

本発明に係るシリカゾルの製造方法によれば、上記のような条件下でシード液を調製した後、このシード液に特定条件下で酸性ケイ酸液を添加することによってシリカゾルを製造しているので、得られるシリカゾルは、極めて均一な粒径を有するシリカ粒子を含んでいるため、透明性に優れるとともに低粘度である。このため、本発明に係る

得ることはできず、ブロードな粒度分布を有するシリカゾルしか得ることができないという問題点があった。また、シリカゾルの製造に際して用いられる $\text{SiO}_2/\text{NaO}_2$ モル比の高いゾルは、非常に不安定であるため、利用直前に新たに調製しなければならないなどの制約を受けるという問題点があった。

#### 発明の目的

本発明は、上記のような従来技術に伴う問題点を解決しようとするものであって、均一粒径のシリカ粒子が分散媒中に分散してなる透明性に優れるとともに低粘度であり、しかも製造上の時間的制約のないシリカゾルの製造方法を提供することを目的としている。

#### 発明の概要

本発明に係るシリカゾルの製造方法は、ケイ酸ナトリウムなどのケイ酸水溶液および/またはアルカリ水溶液と、酸性ケイ酸液とを混合して、混合液の $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ （Mはアルカリ金属）を2.8～10に調整したのち、得られた混合液を

製造方法により得られるシリカゲルは、各種バインダー、透明基材用コート剤、研磨材などとして極めて有用である。

#### 発明の具体的説明

以下、本発明に係るシリカゾルの製造方法は、(a)特定条件下でシード液を調製する工程、および(b)このシード液に酸性ケイ酸液を特定条件下で添加するビルドアップ工程から構成されているが、以下に、工程(a)および(b)について具体的に説明する。

##### (a)シード液の調製

まず、酸性ケイ酸液にケイ酸ソーダなどのケイ酸アルカリ水溶液を混合して、混合液中の全 $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ （Mはアルカリ金属）のモル比を2.8～10、好ましくは3.0～8.5に調整する。このときケイ酸アルカリ水溶液の代わりに水酸化ナトリウムなどのアルカリ水溶液を用いても良く、場合によってはこの両者を用いても良い。

酸性ケイ酸液は、ケイ酸アルカリ水溶液を陽イ



オン交換樹脂で処理することによってアルカリを除去するなど常法に従って容易に得ることができる、ケイ酸の低重合物の溶液である。この酸性ケイ酸液は、通常そのpHが4を越えると、また $\text{SiO}_2$ 濃度が高くなると不安定になり、増粘またはゲル化を起こすことが知られている。

したがって、本発明で用いられる酸性ケイ酸液は、pHは2~4であり、 $\text{SiO}_2$ 濃度は約7重量%以下であることが好ましい。

また、全 $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ のモル比が上記範囲に調整された後のシード液中の全 $\text{SiO}_2$ 濃度は、7重量%以下、好ましくは0.5~5.0重量%の範囲であることが好ましい。全 $\text{SiO}_2$ の濃度が0.5重量%未満であると、最終的に得られるシリカゾル中の $\text{SiO}_2$ 濃度がうすくなり、濃縮操作などに多大のエネルギーを必要とするので好ましくない。一方、7重量%を越えると、均一な粒子の生成が困難になるため好ましくない。

シード液の $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ のモル比はまた、最終的に得られるシリカゾルの品質に大きな影響

定な状態に達せず、ビルドアップ初期のより高い温度での加熱により変化を起こし、安定なシリカゾルを得ることが困難となるため好ましくない。

一方、熱成温度が高すぎると、加えた酸性ケイ酸液中のシリカが急速に溶解し、酸性ケイ酸液を加えないケイ酸アルカリ水溶液のみをシードとして用いたのと同じ結果となるので105℃以下が望ましい。シード液の $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ モル比の低い場合に、その影響は大である。

#### (b)ビルドアップ工程

上記のようにして調製されたシード液に、酸性ケイ酸液を徐々に添加して、シリカ粒子を成長させる。添加する酸性ケイ酸液は、シード液の調製時に用いられる酸性ケイ酸液と同様の方法で得られたものが用いられる。その $\text{SiO}_2$ 濃度は、特に制限はないが、酸性ケイ酸液の安定度の点から、あまり高濃度では好ましくなく、約7重量%以下のものが好ましい。

酸性ケイ酸液を添加する場合、この酸性ケイ酸液中のシリカがシード液中の核粒子に確実に沈着

を及ぼす因子である。 $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ モル比が2.8未満であると、後述するビルドアップ工程で添加する酸性ケイ酸液中のシリカが過飽和状態で溶液中に溶解し、これが析出するとき、必ずしもシード上に沈着するとは限らず、新しいシードを発生させたりして、最終的に得られるシリカゾルの粒度分布がブロードになるため好ましくない。

また、このモル比が10を越えると、シードの成長が充分でなく、小さいシードが多数生成し、最終的に得られるシリカゾルの粒径も非常に小さいものになり、また、ビルドアップ工程中に系のpHが低下し、増粘あるいはゲル化などの現象が起こるため好ましくない。

上記のようにして酸性ケイ酸液とケイ酸アルカリとを混合した後、得られた混合液を加熱し、シード液の熟成を行う。この熟成を行なうことによって、シード液中のシリカ重合物が安定化される。

熟成温度は、後述するビルドアップ温度と同一かあるいはそれ以下の温度であることが好ましく、この熟成温度が60℃未満であると、混合物が安

して、新たな核を発生しないようにしなければならない。そのために、本発明では、酸性ケイ酸液の添加を、次の式に示されるような速度またはそれ以下で行なわなければならない。

$$\log y \leq 2.3 - 3.6 \log x$$

y: 添加速度 [添加酸性ケイ酸液 $\text{SiO}_2$ g数 / 分・シード液中の酸性ケイ酸液 $\text{SiO}_2$ g数]

x: シード液中の全 $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ モル比  
( $2.8 \leq x \leq 10$ )

酸性ケイ酸液の添加速度が、上記の式で示される値よりも大きい場合は、添加される酸性ケイ酸中のシリカがシード液中の核粒子上に確実に沈着せず、新たな核粒子が発生するなどして均一な粒径のものが得られず、粒度分布が広く、しかも粘度の高いシリカゾルとなる。

酸性ケイ酸液の添加速度が前述の速度で示される値よりも著しく小さくなると、得られるシリカゾルの透明度が次第に低下するようになるとともに、また、ビルドアップの時間が長くなり、コス

トアップの要因ともなる。このため、透明性に優れるとともに低粘度のシリカゾルを得るには、酸性ケイ酸液の添加速度は、少なくとも $0.01$  ( $g/\text{分} \cdot g$ ) 以上で添加することが好ましい。

上記のような添加速度で酸性ケイ酸液を添加しながらのビルドアップ工程は、反応系を、約 $60$ ℃以上の温度に保持しながら行なうことが好ましい。

ビルドアップ工程の温度が $60$ ℃未満では、添加された酸性ケイ酸液中のケイ酸の溶解速度および溶解されたシリカの核粒子への沈着速度などが遅くなり、このため酸性ケイ酸液の添加速度を遅くしなければならないことから好ましくない。一方、ビルドアップ工程の温度を高くすれば同一 $SiO_2/M_2O$ モル比でも、酸性ケイ酸液の添加速度を大きくすることができることから、粒径の大きなシリカゾルを得たい場合は、温度を高くすることが有利である。しかしながら、あまり高温にすると、粒径の制御が困難になることから、ビルドアップ工程は約 $140$ ℃以下で行なわれる

法、または限外濾過により濃縮する方法などの従来公知の方法が採用される。

得られたシリカゾルの透明性は、シリカゾルの濁度を分光光度計により測定することによって評価されるが、この測定は、所定濃度に調製されたシリカゾルの $500m\mu$ の波長の光の透過率を測定し、これを標準試料としての水の透過率と比較することにより求められる。また、得られたシリカゾルの粘度は、所定濃度に調製されたシリカゾルをオストワルド粘度計で測定することによって評価される。なお、シリカゾル中の分散粒子の平均粒径は、 $NaOH$ 滴定法により粒子の比表面積 $S$  ( $m^2/g$ ) を測定し、次式から平均粒径 ( $D$ ) を算出することによって求められる。

$$D(m\mu) = 6,000 / S \times \rho$$

$$(\rho: \text{シリカの密度} = 2.2 g/cm^3)$$

本発明で得られるシリカゾルは、 $SiO_2/M_2O$ モル比が約 $50 \sim 120$ の範囲にあり、平均粒径が約 $5 \sim 30m\mu$ の均一なシリカ粒子が分散したシリカゾルである。そのため、従来のシリ

カゾルに比較して、低濁度（透明性に優れている）、低粘度のシリカゾルが得られる。

このように本発明では、シード液の $SiO_2/M_2O$ モル比および酸性ケイ酸液のシード液中への添加速度を特定の範囲内で適宜選択することにより、生成するシリカ粒子の粒径を任意に制御することが可能になる。すなわち、大粒径のシリカゾルを得ようとする場合には、シード液の $SiO_2/M_2O$ モル比を小さくするとともに酸性ケイ酸液の添加速度を大きくすればよい。逆に、小粒径のシリカゾルを得ようとする場合には、シード液の $SiO_2/M_2O$ モル比を大きくするとともに、酸性ケイ酸液の添加速度を小さくすればよい。

このような本発明に係るシリカゾルの製造方法によれば、 $5 \sim 30m\mu$ の範囲の均一な粒径のシリカ粒子が分散媒中に分散した、透明性に優れるとともに低粘度のシリカゾルを得ることができる。

前述のような方法で得られたシリカゾルは、通常は、これを約 $20 \sim 50$ 重量%にまで濃縮する。濃縮方法としては、加熱して水分を蒸発させる方

法、または限外濾過により濃縮する方法などの従来公知の方法が採用される。

得られたシリカゾルの透明性は、シリカゾルの濁度を分光光度計により測定することによって評価されるが、この測定は、所定濃度に調製されたシリカゾルの $500m\mu$ の波長の光の透過率を測定し、これを標準試料としての水の透過率と比較することにより求められる。また、得られたシリカゾルの粘度は、所定濃度に調製されたシリカゾルをオストワルド粘度計で測定することによって評価される。なお、シリカゾル中の分散粒子の平均粒径は、 $NaOH$ 滴定法により粒子の比表面積 $S$  ( $m^2/g$ ) を測定し、次式から平均粒径 ( $D$ ) を算出することによって求められる。

$$D(m\mu) = 6,000 / S \times \rho$$

$$(\rho: \text{シリカの密度} = 2.2 g/cm^3)$$

本発明で得られるシリカゾルは、 $SiO_2/M_2O$ モル比が約 $50 \sim 120$ の範囲にあり、平均粒径が約 $5 \sim 30m\mu$ の均一なシリカ粒子が分散したシリカゾルである。そのため、従来のシリ

カゾルに比較して、低濁度（透明性に優れている）、低粘度のシリカゾルが得られる。



したがって、本発明に係る製造方法により得られるシリカゾルは、透明プラスチック、ガラスなどの透明な基材のハードコート剤、あるいは透明プラスチックへの混和剤などとして用いられ、透明性を失わず、強度、耐熱性、耐摩耗性、耐候性を図ることが可能となる。また、レンズやシリコンウエハーなどの研摩材としてもすぐれた効果を発揮する。

さらに、本発明の方法によれば、目的の平均粒径をもった均一な粒子が分散したシリカゾルが安定して得られる。

#### 発明の効果

本発明に係るシリカゾルの製造方法によれば、特定条件下でシード液を調製した後、このシード液に特定条件下で酸性ケイ酸液を添加することによってシリカゾルを製造しているため、得られるシリカゾルは極めて均一な粒径を有するシリカ粒子を含んでいるため、透明性に優れるとともに低粘度である。このため、本発明に係る製造方法によりシリカゾルは、各種バインダー、透明基材用

3.1)を2760gのイオン交換水で希釈した。この液に、上記のようにして得られた酸性ケイ酸液660gを混合した後、80℃で30分加熱してシード液を調製した。

このようにして得られたシード液中の全 $\text{SiO}_2$ 濃度は4.6重量%、全 $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ モル比は5.7であった。

#### (シリカゾルの調製)

上記のようにして得られたシード液の温度を80℃に維持し、これに上記のようにして得られた酸性ケイ酸液を徐々に添加した。酸性ケイ酸液添加速度は、1分間に33gであり、合計で20.400gの酸性ケイ酸液を添加した。

酸性ケイ酸液の添加が終了した後、得られた混合物を80℃で10分間加熱し、次いで冷却して、希シリカゾルを得た。

得られた希シリカゾルを真空蒸発装置にて、減圧度600mmHg、蒸発温度60℃の条件下で濃縮し、濃縮シリカゾルを得た。得られたシリカゾルの性状を表1に示す。

コート剤、研摩材などとして極めて有用である。

以下本発明を実施例によって説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

#### 実施例 1

##### (酸性ケイ酸液の調製)

$\text{SiO}_2$ 濃度24.0重量%、 $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ モル比3.1のケイ酸ソーダ溶液にイオン交換水を混合し、 $\text{SiO}_2$ 濃度5.2重量%の希ケイ酸ソーダ溶液を調製した。この溶液を、水素型陽イオン交換樹脂層(三菱化成工業(株)製ダイヤイオンSK-1B)が充填されたカラムに通して酸性ケイ酸液を調製した。

得られたケイ酸液中の $\text{SiO}_2$ 濃度は、5.0重量%、pHは2.7であった。また、 $\text{Na}_2\text{O}$ 濃度は固形分シリカ換算で0.1重量%以下であった。

##### (シード液の調製)

還流器、攪拌機、温度検出装置を備えた30lのステンレス容器中で、163gの24重量%のケイ酸ソーダ溶液( $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ モル比

#### 実施例 2

##### (シード液の調製)

実施例1と同一反応器に、2号ケイ酸ソーダをイオン交換水で希釈して得た液1.870g( $\text{SiO}_2$ 濃度1.4重量%、 $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ モル比2.0)を入れ、これを攪拌しながら実施例1と同じ酸性ケイ酸液235gを混合し、80℃で30分間加熱して、シード液を調製した。

得られたシード液中の全 $\text{SiO}_2$ 濃度は1.8重量%、全 $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ モル比は2.9であった。

##### (シリカゾルの調製)

上記のようにして得られたシード液をよく攪拌しながら、実施例1と同じ酸性ケイ酸液18.010gを1分間に29gの割合で添加した。

得られたシリカゾルを、実施例1と同様にして濃縮し、シリカゾルを得た。このシリカゾルの性状を表1に示す。

## 実施例 3~10

実施例1と同じケイ酸ソーダ、酸性ケイ酸液を用いて、シード液中の $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ モル比、添加速度および加熱温度を変化させた以外は、実施例1と同様にしてシリカゾルを製造した。得られたシリカゾルの性状を表1に示す。

なお、実施例6はオートグレーブを使用した。

## 比較例 1

実施例1と同じ $\text{SiO}_2$ 濃度24重量%のケイ酸ソーダ溶液163gを、2.760gイオン交換水で希釈して溶液を調製した。これを80℃に昇温した後、この温度を保持しながら酸性ケイ酸液( $\text{SiO}_2$ 濃度5.0重量%)21.100gを毎分35gの速度で添加し、希シリカゾルを得た。その後、実施例1と同様にして減圧蒸留法にて濃縮して、シリカゾルを製造した。得られたシリカゾルの性状を表1に示す。

## 比較例 2

比較例1と同様の方法で、 $\text{SiO}_2$ 濃度1.2重量%のケイ酸ソーダ溶液を調製した。これを

95℃に昇温させ、この温度を保持しながら、酸性ケイ酸液( $\text{SiO}_2$ 濃度3.1重量%)31.000gを一定速度で120分間かけて添加した。

添加終了後、同一温度で60分保持した後、その一部を直ちに実施例1と同じ条件で減圧濃縮したところ約14重量%の点から粘度が上昇し、約18重量%に達した時点でこれ以上の濃縮は不可能であった。残りのシリカゾルをさらに温度を沸点まであげ、3840分間熟成した。得られた希シリカゾルを実施例1と同様にして濃縮したところ表1に示すようなシリカゾルが得られた。

## 比較例 3~5

シード液の $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ モル比、酸性ケイ酸液添加速度を表1に示すように変化した以外は、実施例1または実施例2と同様にしてシリカゾルを製造した。

シリカゾルの性状を表1に示す。

表 1

	シード液			ビルドアップ		シリカゾルの性状							
	$\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ モル比	加熱温度 (℃)	加熱時間 (分)	温度 (℃)	添加速度	$\log y$	$\frac{2.3-3.6}{\log x}$	$\text{SiO}_2$ 濃度 (wt%)	$\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ モル比	pH	平均粒径 ( $\text{m}\mu$ )	粘度 (cp)	濁度 ( $\text{cm}^{-1}$ )
実施例1	5.7	80	30	80	0.05	-1.30	-0.42	30.1	83.7	9.5	10.3	3.1	0.019
2	2.9	80	20	80	0.10	-1.00	0.64	30.2	80.0	9.2	11.0	3.0	0.024
3	3.3	85	30	85	0.26	-0.59	0.43	30.2	102.9	9.0	16.0	2.5	0.031
4	8.1	70	20	70	0.02	-1.70	-0.97	30.5	61.0	9.8	6.8	4.8	0.007
5	3.2	95	180	95	0.56	-0.25	0.48	47.5	94.4	9.6	23.1	1.8	0.089
6	6.8	95	40	120	0.14	-0.85	-0.70	30.6	100.5	9.1	19.7	2.6	0.122
7	4.3	90	70	90	0.70	-0.15	0.02	30.2	81.2	9.0	12.9	3.7	0.040
8	5.0	85	30	85	0.18	-0.74	-0.22	30.4	83.0	8.9	10.1	4.1	0.029
9	7.0	70	30	70	0.05	-1.30	-0.74	30.0	76.5	8.8	7.6	5.5	0.020
10	3.6	95	30	95	0.13	-0.89	0.30	40.0	103.3	9.7	28.3	2.0	0.610
比較例1	3.1	—	—	80	—	—	—	30.1	84.5	9.0	12.5	5.8	0.105
2	3.1	—	—	95	—	—	—	30.0	79.4	9.1	25.4	3.1	0.890
3	12.1	80	30	80	0.02	-1.70	-1.60	30.2	78.3	8.5	6.9	18.0	0.087
4	5.4	80	30	80	1.26	0.10	-0.34	30.2	80.2	7.4	8.1	8.3	0.095
5	2.6	80	20	80	0.18	-0.74	0.81	30.0	83.1	9.5	13.7	6.0	0.118

比較例 6

市販のシリカゾル(D社製、 $\text{SiO}_2$ 濃度30重量%)について、その平均粒径、濁度および粘度を実施例1と同様にして調べたところ、平均粒径は7.4  $\mu\text{m}$ であり、濁度は0.050  $\text{cm}^{-1}$ であり、粘度は7.7 cPであった。

比較例 7

市販のシリカゾル(N社製、 $\text{SiO}_2$ 濃度30重量%)について、その平均粒径、濁度および粘度を実施例1と同様にして調べたところ、平均粒径は13.6  $\mu\text{m}$ であり、濁度は0.237  $\text{cm}^{-1}$ であり、粘度は4.2 cPであった。

代理人 弁理士 鈴木 俊一郎



特許法第17条の2の規定による補正の掲載

平4.1.16発行

昭和61年特許願第190075号(特開昭63-45114号, 昭和63年2月26日発行 公開特許公報 63-452号掲載)については特許法第17条の2の規定による補正があったので下記のとおり掲載する。 3 (1)

Int. Cl.	識別記号	庁内整理番号
C01B 33/143		6971-4G

手続補正書

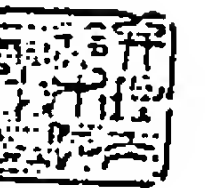
63-45114

平成3年9月12日

特許庁長官 深沢 亘 殿



1. 事件の表示  
昭和61年 特許願 第190,075号  
昭和61年 8月13日提出の特許願(1)
2. 発明の名称  
シリカゾルの製造方法
3. 補正をする者  
事件との関係 特許出願人  
住所 東京都千代田区大手町2丁目6番2号  
名称 触媒化成工業株式会社  
代表者 綱島 建吉
4. 代理人 (郵便番号 141)  
住所 東京都品川区西五反田二丁目19番2号  
荒久ビル 3階  
[電話東京(3491)3161代表]  
氏名 (8199) 井理士 鈴木 俊一郎
5. 補正命令の日付  
自発補正
6. 補正の対象  
明細書の「発明の詳細な説明」の欄
7. 補正の内容  
別紙の通り(補正の対象の欄に記載した事項以外は内容に変更なし)



方式 審査 (目録)

補正の内容

- (1) 明細書第3頁第13行目において、  
「 $\text{SiO}_2/\text{NaO}_2$ 」とあるのを、  
「 $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ 」と訂正する。
- (2) 明細書第4頁第4行目において、  
「 $\text{SiO}_2/\text{NaO}_2$ 」とあるのを、  
「 $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ 」と訂正する。
- (3) 明細書第4頁第19行目において、  
「(Mはアルカリ金属)を」とあるのを、  
「(Mはアルカリ金属)のモル比を」と訂正する。
- (4) 明細書第21頁の表1を別紙の通り補正する。

表 1

	シード液			ビルドアップ		シリカゾルの性状								
	SiO <sub>2</sub> / Na <sub>2</sub> O モル比	加熱温度 (℃)	加熱時間 (分)	温 度 (℃)	添加速度	log y	2.3- 3.6 log x	SiO <sub>2</sub> 濃度 (wt%)	SiO <sub>2</sub> / Na <sub>2</sub> O モル比	pH	平均粒径 (mμ)	粘 度 (cp)	濁 度 (cm <sup>-1</sup> )	
実施例 1	5.7	80	30	80	0.05	-1.30	-0.42	30.1	83.7	9.5	10.3	3.1	0.019	
2	2.9	80	20	80	0.10	-1.00	0.64	30.2	80.0	9.2	11.0	3.0	0.024	
3	3.3	85	30	85	0.26	-0.59	0.43	30.2	102.9	9.0	16.0	2.5	0.031	
4	8.1	70	20	70	0.02	-1.70	-0.97	30.5	61.0	9.8	6.8	4.8	0.007	
5	3.2	95	180	95	0.56	-0.25	0.48	47.5	94.4	9.6	23.1	1.8	0.089	
6	6.8	95	40	120	0.14	-0.85	-0.70	30.6	100.5	9.1	19.7	2.6	0.122	
7	4.3	90	70	90	0.70	-0.15	0.02	30.2	81.2	9.0	12.9	3.7	0.040	
8	5.0	85	30	85	0.18	-0.74	-0.22	30.4	83.0	8.9	10.1	4.1	0.029	
9	7.0	70	30	70	0.05	-1.30	-0.74	30.0	76.5	8.8	7.6	5.5	0.020	
10	3.6	95	30	95	0.13	-0.89	0.30	40.0	103.3	9.7	28.3	2.0	0.610	
比較例 1	3.1	—	—	80	—	—	—	30.1	84.5	9.0	12.5	5.8	0.105	
2	3.1	—	—	95	—	—	—	30.0	79.4	9.1	25.4	3.1	0.890	
3	12.1	80	30	80	0.02	-1.70	-1.60	30.2	78.3	8.5	6.9	18.0	0.087	
4	5.4	80	30	80	1.26	0.10	-0.34	30.2	80.2	7.4	8.1	8.3	0.095	
5	2.6	80	20	80	0.18	-0.74	0.81	30.0	83.1	9.5	13.7	6.0	0.116	